

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-140453

(43)Date of publication of application : 14.06.1991

(51)Int.Cl.

C23C 8/10
B01J 19/08
H01L 21/316

(21)Application number : 01-281106

(71)Applicant : KOKUSAI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 27.10.1989

(72)Inventor : ENDO YOSHIHIDE
NAKAMURA NAOTO

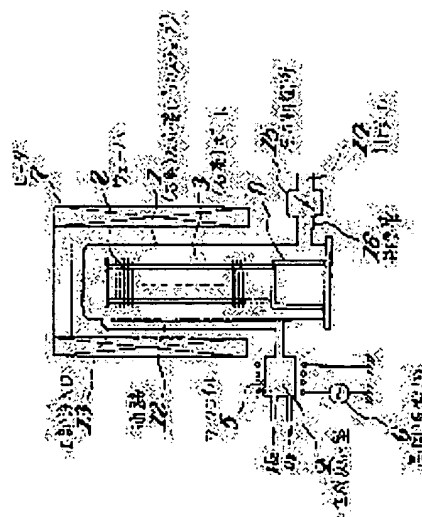
(54) LOW-PRESSURE OXIDATION DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To eliminate explosion due to the reaction of H₂ with O₂ and to conduct safe and uniform oxidation by keeping the inside of a reaction tube at a low pressure and promoting the H₂-O₂ reaction outside the reaction tube with plasma.

CONSTITUTION: H₂ and O₂ are introduced into the formation reaction chamber 4 through a mass-flow controller, plasma is produced in the chamber 4 by applying a current to a work coil 5 from a high-frequency power source 6, hence the H₂-O₂ reaction is promoted, and steam, H₂ and O₂ are generated. The steam is injected into a quartz reaction tube (process tube) from an upper injection port 13 through a passage 12, and the tube 1 is evacuated by a vacuum pump through a

pressure control valve 15. Many wafers 2 placed on a quartz boat 3 are oxidized with steam in the low-pressure tube 1. Since the oxidation of the wafer 2 by steam is conducted at the low pressure, explosion due to the H₂-O₂ reaction is not caused, and the water is safely and uniformly oxidized.



LEGAL STATUS

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-140453

⑬ Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)6月14日

C 23 C 8/10
B 01 J 19/08
H 01 L 21/316H 7139-4K
X 6345-4G
6940-5F

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 低圧酸化装置

⑯ 特 願 平1-281106

⑰ 出 願 平1(1989)10月27日

⑱ 発 明 者 遠 藤 好 英 東京都西多摩郡羽村町神明台2-1-1 国際電気株式会社
羽村工場内⑲ 発 明 者 中 村 直 人 東京都西多摩郡羽村町神明台2-1-1 国際電気株式会社
羽村工場内

⑳ 出 願 人 国際電気株式会社 東京都港区虎ノ門2丁目3番13号

㉑ 代 理 人 弁理士 石 戸 元

明 細 書

1. 発明の名称

低圧酸化装置

2. 特許請求の範囲

- (1) 水素ガスH₂と酸素ガスO₂を反応させて水蒸気を外部で生成し、所要温度下の電気炉中の反応管(1)内に、水蒸気を導入しウェーハ(2)を載置したポート(3)を導入して当該ウェーハ(2)を酸化させる装置において、反応管(1)内を低圧下に維持すると共に反応管(1)外部に水素ガスH₂と酸素ガスO₂の反応をプラズマ化して促進させる生成反応室(4)を設けてなる低圧酸化装置。

- (2) 生成反応室(4)外にワークコイル(5)または半分割円筒電極を設け、これにプラズマ発生用の高周波電源(6)を接続せしめ、当該生成反応室(4)内の圧力を、安定したプラズマが発生する0.1~10Torrの範囲内に設定してなる請求項第1項記載の低圧酸化装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

シリコン半導体デバイス製造プロセスにおいて、シリコンを酸化するプロセスがある。シリコンウェーハの酸化はシリコンウェーハを800~1000℃の電気炉中の石英製反応管内に挿入し、ドライ酸素、または水蒸気を含む酸素を流すことにより達成される。

本発明は、水素ガスH₂と酸素ガスO₂を流し、反応させてH₂Oを生成し、そのH₂OとO₂による水蒸気により酸化する低圧酸化装置に関する。

(従来の技術)

第2図は従来装置の一例の構成を示す簡略断面図である。

1は800~1000℃の所要温度下の電気炉中の石英反応管(プロセスチューブ)、2は石英反応管1外に設けられたヒータ、3は多数枚のウェーハ2を載置した石英ポート、4はこのポート7の下部に設けられたキャップ、5は水素ガスH₂と酸素ガスO₂を導入して燃焼(反応)させ、水蒸気H₂Oを生成し過剰O₂と共に反応管1内に導入する燃焼管、10はこの燃焼管9の外側に設けられた赤外線

特開平3-140453 (2)

ランプ、11は当該燃焼管9内に設けたシリコンロッド、12は燃焼管9と反応管1の上部とを連通する通路、13は反応管1の上部に設けられた上部注入口、14は反応管1の下部に設けられた排気口である。

このような従来装置は水素 H_2 と酸素 O_2 を赤外線ランプ10により燃焼管9内で燃焼させ、 H_2O を生成し、過剰 O_2 と共に通路12を通して上部注入口13より反応管1内へ注入し、反応管1内に多数枚のシリコンウェーハ2を載置したポート3を挿入することによりポート3に載置された多数枚のウェーハ2が酸化されることになる。

H_2 と O_2 の燃焼は第2図示のように燃焼管9内のシリコンロッド11を、赤外線ランプ10により加熱できる構造をもつ燃焼管9内で行われる。

〔発明が解決しようとする課題〕

上記の従来装置にあっては、 H_2 と O_2 の燃焼を行う燃焼管9と、加熱用の赤外線ランプ10と燃焼管9内のシリコンロッド11よりなる構成であるため、構造が複雑であり、シリコンロッド11が H_2 の発火

点で急激に酸素と反応するため、 O_2 と H_2 の流量比を適当に設定しないと爆発する危険性があるという課題がある。

本発明の目的は、簡単な構造で H_2 と O_2 を反応させ H_2O を生成し、低圧(0.1～10Torr)下で水蒸気酸化を行うことにより H_2 と O_2 の反応により爆発するおそれなく安全であり、且つ、酸化の均一性を良くすることができる装置を提供することである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明装置は上記の課題を解決し、上記の目的を達成するため、第1図示のように水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 を反応させて水蒸気を外部で生成し、所望温度下の電気炉中の反応管1内に、水蒸気を導入しウェーハ2を載置したポート3を挿入して当該ウェーハ2を酸化させる装置において、反応管1内を低圧下に維持すると共に反応管1外部に水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 の反応をプラズマ化して促進させる生成反応室4を設けてなる構成としたものである。

〔作用〕

このような構成とすることにより水素 H_2 と酸素 O_2 の反応は生成反応室4内でプラズマ化されて促進され、 $H_2O + O_2$ による水蒸気が生成されて低圧下の反応管1内に注入され、この反応管1内に挿入したポート3に載置されたウェーハ2が水蒸気酸化されることになる。ウェーハ2の水蒸気酸化はこのような低圧下で行われるので、 H_2 と O_2 の反応による爆発のおそれなく安全であり、かつ酸化の均一性が向上することになる。

〔実施例〕

以下図面により本発明の実施例を説明する。

第1図は本発明装置の一実施例の構成を示す簡略断面図で、1は800～1000℃の所要温度、例えば900℃±0.5℃下の電気炉中の石英反応管(プロセスチューブ)、7はこの石英反応管1外に設けられ内部を上記所要温度に加熱するヒータ、3は多数枚のウェーハ2を載置した石英ポート、8はこのポート3の下部に設けられたキャップである。石英反応管1内に挿入されたポート3に載置

された多数枚のウェーハ2はヒータ7により所要温度900℃±0.5℃に加熱される。

4は反応管1外部に設けられた生成反応室で、水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 の反応をプラズマ化して促進させる機能を果たす。5はこの生成反応室4の周囲に設けられたワークコイルで、プラズマ発生用の高周波電源6が接続されている。ワークコイル5の代わりに半分割円筒電極を用いてもよい。

12は生成反応室4と反応管1の上部とを連通する通路(細管)、13は反応管1の上部に設けられた上部注入口、15は反応管1内の圧力を制御する圧力制御弁で、反応管1の下部に連結された排気管16に接続されており、排気口14は排気装置、例えば排気ポンプに接続されている。

上記の構成において水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 は生成反応室4内にマスフローコントローラ(図示せず)を介して導入され、この生成反応室4内でワークコイル5に高周波電源6により高周波電界を印加することによりプラズマを発生させて H_2 と O_2 の反応を促進し、水蒸気 $H_2O + O_2$ を生成させる。

特開平3-140453 (3)

この水蒸気は通路12を経て上部注入口13より反応管1内に注入されると共に反応管1内は排気ポンプにより圧力制御弁15を介して排気され、0.1〜10 Torrの圧力、例えば5 Torr \pm 3%の圧力に制御される。このような低圧下の反応管1内で、ポート3に設置した多数枚のウェーハ2が水蒸気酸化されることになる。ウェーハ2の水蒸気酸化は低圧下で行われるので、 H_2 と O_2 の反応による爆発のおそれはなく安全であり、かつ酸化の均一性が向上することになる。

ウェーハ2の酸化の手順はまず酸素ガス O_2 を注入し、反応管1内を所定の流量と所定の圧力に制御する。しかる後、生成反応室4内でプラズマを発生させ、水素ガス H_2 を注入し零から一定流量まで10〜30秒程度の間に徐々に増加して行く。この方法は安定で安全であり、かつ薄い酸化膜生成に対し制御性が極めて良い。

【発明の効果】

上述のように本発明によれば、水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 を反応させて水蒸気を外部で生成し、所

要温度下の電気炉中の反応管1内に、水蒸気を導入しウェーハ2を設置したポート3を導入して当該ウェーハ2を酸化させる装置において、反応管1内を低圧下に維持すると共に反応管1外部に水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 の反応をプラズマ化して促進させる生成反応室4を設けてなるので、水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 の反応を生成反応室4内でプラズマ化して促進させ、水蒸気 $H_2O + O_2$ を生成して低圧下の反応管1内に注入することにより低圧下の反応管1内のウェーハ2を水蒸気酸化させることになるため、水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 の反応による爆発のおそれはなく安全になると共にウェーハ2内、ウェーハ2間の酸化膜の均一性が良くなり、また膜厚の制御性も極めて良くなるなどの効果を奏する。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明装置の一実施例の構成を示す簡略断面図、第2図は従来装置の一例の構成を示す簡略断面図である。

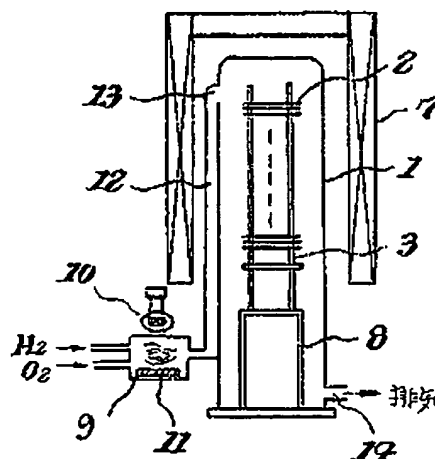
1……(石英)反応管、2……ウェーハ、3……

…(石英)ポート、4……生成反応室、5……ワークコイル、6……高周波電源、7……ヒータ、12……通路、13……上部注入口、14……排気口、15……圧力制御弁、16……排気管。

代理人弁理士 石 戸

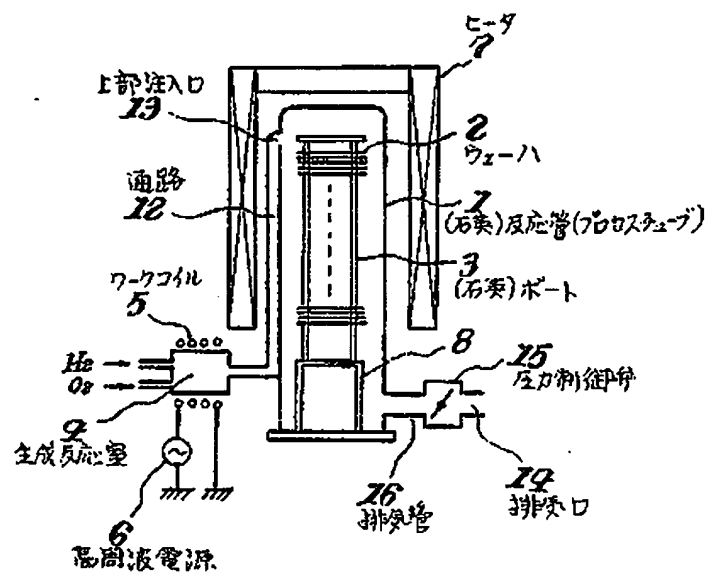


第2図



特開平3-140453(4)

第1図



特開平3-140453

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】平成9年(1997)6月17日

【公開番号】特開平3-140453

【公開日】平成3年(1991)6月14日

【年追号数】公開特許公報3-1405

【出願番号】特願平1-281106

【国際特許分類第6版】

C23C 8/10

B01J 19/08

H01L 21/315

【F I】

C23C 8/10 7454-4K

B01J 19/08 H 9630-4D

H01L 21/315 X 9169-4M

手 続 補 正 書 (自 願)

平成8年10月24日

特許庁長官 宛 井 上 氏 様

1. 事件の表示

平成1年特許第281106号

2. 発明の名称

低圧酸化装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都中野区中野三丁目14番10号

名 称 (118) 国際硝化株式会社

4. 代理人

住 所 〒101 東京都千代田区山王2丁目1番1号

山王ブーパソフツビル310号

Tel. 03 (3115) 5731

氏 名 山王 由士 氏 戸

5. 補正の趣意

明 細 書

6. 補正の内容

(1) 明細書各別紙の誤り全文補正する。

(訂正) 明 細 書

1. 発明の名称

低圧酸化装置

2. 発明解決の趣意

(1) 水素ガスH₂と酸素ガスO₂を混合させて水素酸を外場で生成し、所定温度下の電気炉中の反応室(1)内に低圧ガスを導入し、反応室(1)内のウェーハ(2)を酸化させる装置において、反応室(1)内を低圧下に保持すると共に反応室(1)内部に水素ガスH₂と酸素ガスO₂の混合ガスをプラズマ化して促進させる生成反応室(4)を設けて低圧酸化装置。

(2) 生成反応室(4)内にワークコイル(5)または平均閉門電磁場を設け、これにプラズマ発生用の高周波電源(6)を接続せしめ、当該反応室(4)内の圧力を、安定したプラズマが発生する、1〜10 Torrの範囲内に設定してなる低圧下) 低圧の低圧酸化装置。

(3) 反応室(1)は、圧力制御弁(15)により一定圧に制御される閉鎖空間または2部製の低圧酸化装置。

3. 発明の要旨は図明

【産業上の利用分野】

本発明は、水素ガスH₂と酸素ガスO₂を混合し、反応させてH₂Oを生成し、そのH₂OとO₂による水素酸によりウェーハを酸化させる低圧酸化装置に関する。

【従来の技術】

シリコン半導体デバイス製造プロセスにおいて、シリコンを酸化するプロセスがある。シリコンウェーハへの酸化は、シリコンウェーハを800〜1000℃の電気炉中の石英製反応室内に導入し、γ-レイ照射、または酸素酸を含む液相を流すことにより達成される。第1図は、従来の一例の構成を示す断面図である。

1は300〜1000℃の石英温度下の電気炉中の石英反応室(プロセス・ボート)、7は石英反応室1内に設けられたワーク、8は多数数のウェーハを固定した石英ボート、8はこのボート1の下部に設けられたキャップ、9は水素ガ

3月)と昭和5年10月を以て起算(昭和)5年、永無償に、Oを生成し、他
 親Oのみにて其の複製し、Oを反響管1内へ通入するを装置、1等は此の装置等
 9の外に於て其の複製する、1は此の装置等9内に於て其の複製するコソ
 ン、1は此の装置等9と反響管1のOとを連結する部分、1は此の装置等9
 内に於て其の複製する、1は此の装置等9の外に於て其の複製する。

この如き従来の装置は永無償、と昭和O、亦亦反響管1によりて其の複製
 するを装置、Oを生成し、他親Oと共にO、Oを生成し、他親Oに
 より反響管1内へ通入し、反響管1内に於て其の複製するコソ
 ンを生成することにより、Oに於て其の複製するコソ
 ンを生成することによる。

【問題が解決しようとする課題】

また、燃焼管の圧力変動によって反応管内の圧力が変動し、安定的、均一に反応が促進されるに、変化の年一が得られたいという問題もある。

であり、是つ、改化の統一性をもつて行うことができる状態を維持することである。

【課題を解決するための手段】

水循環装置は上記実験を簡便化し、上記の目的を達成するため、その構造は1.配管の両端は、水封ガス口と配管ガス口を繋ぎあわせて水層気を取り出すように、所定長さの導管の中の反応管内に排水管を挿入し、反応管内のクレーパを回転させる装置において、反応管内を配管下に維持すると共に反応管内に排水管が

また、除水項2記述の要所は、除水項1記述の要所において、生成反応系外にワークコイルまたは予分割内に電極を設け、これにプラズマ処理用の高周波電場を印加せしめ、高圧生成反応系内の圧力を、定常したプラズマが発生する $0.1 \sim 1.1$ Torrの範囲内に設定してなる装置としたものである。

また、梅本氏3型山の発見は、梅本氏1または2記載の山脈において、花冠の基部、花柄の基部により、花柄に包囲される構造としたものである。

〔作用〕

このような操作とすることにより水素 H_2 と酸素 O_2 の反応は生成反応室内でプラズマ化されて促進され、 $H_2 + O + O \rightarrow H_2O$ による水素酸が生成されて反応室内の反応管に注入され、この反応管内のウーハが水素酸酸化されることになる。ウーハの水素酸酸化は反応管下部で行なわれるので、 H_2 と O_2 の反応による副産物のすべてが不純物となり、引下水素酸が均一に注入された、酸化の均一性向上に

また、生成反応以外にワークコイルまたは半分割月面電極を取り、これにプラス7年生月の高純度銅線を巻付けせしめ、当該生成反応室内の圧力を、0.1~11torrの範囲内に調整することにより、安定したプロセスを確立させることとでき、安全で、かつ腐化の恐れを向上させることとできる。

【寒山转苍翠】

以下四面により本発明の要旨図を典型とする。

矢(図1)水見明位置の一歩先の岸止水手前(4)岸内で、1は300~1000mの間の距離、例えば、300mで50、50mの電位差の存在を必否(ノボスベージュ)、7はこの石見佐佐木1号に等しい電位差を上記所定値に換算するところ、3は形数収容のノボスベージュと等しい石見ポート、5はこのポートの下の石に置かれたキャップである。石見取原51内に導入されたポート3は、前記のように多数数のノボスベージュにより例え、300mより、50mに換算する。

4. 反応平衡：外部に掛けられた生体反応で、水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 の

1 は生皮取付部、2 は反動板の上面と全通する通孔（貫通）、3 は反動板の上面に溶け付いた上蓋の入口、4 は反動板の内の圧力を減縮する圧力調整弁で、反動板の下面に接続された導管が 16 に接続されており、排水口、5 は排水管で、例えに排水ポンプに接続されている。

上層の層域において水素ガス H_2 と酸素ガス O_2 は星雲反応室内にプラズマローター（図表せず）を介して導入され、このとき反応室内でワークセル上に四角形の電極を有する四角形電極を制御することによりプラズマを発生させる H_2 と O_2 の割合を変化し、水素ガス (H_2+O_2) を生成させる。この水素気は反応12を経て水素入口3より反応室1内に流入すると共に反応室1内は酸素ガス O_2 により所定の割合13を介して調整される。1より Q_{H_2} 、反応12より T_{H_2} 3の値に比例して算出される。こうして、生成反応室内の電力も安定したプラズマが生成するに等しい。1より Q_{H_2} の値に比例する。

具体的には、ウェーハの酸化の手段にまず硫酸が入り、を投入し、反応槽
内を所定の温度と所定の圧力に制御する。しかも、塩化反応槽と内でプラズマ
を発生させ、水素ガスを、を投入し号から一定流量まで1〜5秒の秒数の間に
徐々に増加して行く。

こうして、反応槽の反応管1内で、ポート3に設置した多数枚のキューベが水素処理化されることになる。キューベの水素処理化は該反応下で行われるので、 R_2 と O_2 の反応による爆発のおそれなく安全であり、かつこのように高圧下で、しかも一位置に前掲する構造により、キューベ1内、キューベ間の取仕度の加へ方が均すことになる。

また、水素がX水素を注入し悉から一定流量まで10〜30秒程度の間に徐々に増加させていくことにより、安全でのつ用；酸化還元反応に対して耐性が強くなる。

【発刊の動機】

上述のように本器明のうち清水米1石程の天明によれば、米価は2日、と推定

ガス、水素等を水蒸気を昇華で生成し、所定温度下の電気炉中の反応管内に該水蒸気を導入し、反応管内のウラン化合物と結合させる装置において、反応管内を流下して配すると共に反応管外側に冷却水を流す。この場合、冷却水の温度を調整して促進若くは抑制反応速度を強けてゐるので、よりメス、と称される。この反応は高圧の反応管内で行なう場合に促進されて進行せよ。H₂Oと、による水酸化が促進される条件下での反応性には大差がない。この反応過程のカーブは水酸化されることにもなる。カーブの水酸化強化は塩基下で行われるので、片との、反応性の向上が認められるが食費である、且つ高温が均一に侵入するため、反応の均一性が向上することになる。

また、生体反応器にフックコイルまたは半分閉門巻線を取り、これにプラズマ発生用の高周波電流を流しこめ、当該生体反応器内の圧力を、0.1~1.0Torrの範囲内に設定することにより、安定したプラズマを発生させることができ、更に、かつ酸化の另一極を向上させることができる。

また、圧力割断力により反応値が一定圧に封鎖することにより、ウレタン樹脂の硬化の速さがより向上することになる。

4. 國語の標準化と統一

場！図は本發明装置の一花柄の構成を示す斜視断面図、第2圖は従来装置の一例の構造を示す側面図である。

1……(石灰)灰体部、2…… γ -H、3……生成场所、4……7-9
4、5、6……新发现的、15……压力制取。

代理人 余亞士 石 戶